

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

===== WPI =====

TI - High purity heat resistant steel - comprises iron@, nitrogen@, vanadium@, molybdenum@ and chromium@ useful for gas turbines and has good high temp. creep strength

AB - J04072039 High purity heat resisting steel comprises (by wt.) 0.05-0.15% C, 1.6-3.5% Ni, 9.0-13.0% Cr, 1.0-3.0% Mo, 0.1-0.5% V, 0.02-0.08% N, and balance Fe and incidental impurities, pref., of up to 0.1% Si, and upto 0.1% Mn, furthermore, pref., one or more of 0.01-0.15% Nb, 0.01-0.15% Ta, and 0.3-1.5% W.

- USE - For gas turbines and has good high-temp. creep strength, partic., less toughness deterioration by ageing. (Dwg.0/0)

PN - JP4072039 A 19920306 DW199216 005pp

- JP7103447B B2 19951108 DW199549 C22C38/00 005pp

PR - JP19900182658 19900712

PA - (NIKL ) JAPAN STEEL WORKS LTD

MC - M27-A04 M27-A04C M27-A04M M27-A04N M27-A04V M27-A04X

DC - M27

IC - C22C38/46

AN - 1992-128489 [49]

===== PAJ =====

TI - HIGH PURITY HEAT RESISTANT STEEL

AB - PURPOSE: To obtain a high purity heat resistant steel excellent in high temp. creep strength and low in the deterioration of toughness in accordance with the secular use by extremely reducing specified impurities in a 12Cr heat resistant steel having a specified compsn.

- CONSTITUTION: A 12Cr heat resistant steel contg., as essential components, by weight, 0.05 to 0.15% C, ~~1.6 to 3.5% Ni~~, 9.0 to 13.0% Cr, 1.0 to 3.0% Mo, 0.1 to 0.5% V and 0.02 to 0.08% N and the balance Fe or furthermore contg. one or >= two kinds among 0.01 to 0.15% Nb, 0.01 to 0.15% Ta and 0.3 to 1.5% W and, in which, among impurities, <0.1% Si, <0.1% Mn, <0.005% P, <0.005% S, <0.008% As, <0.01% Sn and <0.005% Sb are regulated as allowable content is prepd. by an electroslag remelting method or the like. The high purity heat resistant steel having an excellent service life and reliability as a disk material for a gas turbine or the like can be obt'd.

PN - JP4072039 A 19920306

PD - 1992-03-06

ABD - 19920622

ABV - 016277

AP - JP19900182658 19900712

GR - C0954

PA - JAPAN STEEL WORKS LTD:THE

IN - TANAKA YASUHIKO; others: 02

I - C22C38/00 ;C22C38/46

⑨ 日本国特許庁(J P)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A)

平4-72039

⑫ Int. Cl.<sup>5</sup>

C 22 C 38/00  
38/46

識別記号

3 0 2 Z

庁内整理番号

7047--4K

⑬ 公開 平成4年(1992)3月6日

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全5頁)

⑭ 発明の名称 高純度耐熱鋼

出願 平2-182655

公開 平2(1990)7月12日

⑮ 発明者 田中 孝彦 北海道室蘭市茶津町4番地 株式会社日本製鋼所室蘭研究所内

⑯ 発明者 東 司 北海道室蘭市茶津町4番地 株式会社日本製鋼所室蘭研究所内

⑰ 発明者 池田 保典 北海道室蘭市茶津町4番地 株式会社日本製鋼所室蘭研究所内

⑱ 出願人 株式会社日本製鋼所 東京都千代田区有楽町1丁目1番2号

⑲ 代理人 弁理士 若林 忠 外1名

明 記 書

1. 発明の名称

高純度耐熱鋼

2. 特許請求の範囲

1. 重量%でC: 0.05~0.15%, Si: 1.6~3.5%, Cr: 9.0~13.0%, Mn: 0.0~3.0%, V: 0.1~0.5%, N: 0.01~0.05%を含有し、残部がFeおよび不可避免的な純物からなる高純度耐熱鋼。

2. 請求項1の組成に、さらに重量%でNb: 0.01~0.15%, Ta: 0.01~0.15%, Al: 0.0~1.5%の一種または二種以上を含有する高純度耐熱鋼。

3. 前記不可避免的な純物のうち、重量%でSi: 0.1%以下、Mn: 0.15%以下を含有する請求項1または2記載の高純度耐熱鋼。

4. 前記不可避免的な純物のうち、重量%でP: 0.005%以下、S: 0.005%以下を含有する請求項1、2または3記載の高純度耐熱鋼。

5. 前記不可避免的な純物のうち、重量%でAs:

0.05%以下、Sn: 0.01%以下、Sb: 0.005%以下を許容含有量とする請求項1、2、3または4記載の高純度耐熱鋼。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はガスタービン等に用いられる高温クリープ強さにすぐれ、特に経年使用に伴う靱性劣化の少ない高純度耐熱鋼に関する。

(従来の技術)

ガスタービンディスクには、Cr-Mo-V鋼や12Cr鋼が使用されているが、ガス温度の高温化、圧縮比の向上などによる高効率化に伴って、より高強度のディスク材が必要となっている。使用温度が250℃程度のディスク素材としては12Cr鋼で高温強度、靱性ともに充分であるのにながし、使用温度が450℃になると現用の12Cr鋼では、高温での使用に伴って著しい靱性の劣化を生じディスクの信頼性を損なうため、Ni基合金が使用されるが、Ni基合金は熱間加工性、切削性、熱伝導性の点で、12Cr鋼に比

べて著しく劣り、製造コストも改善となっている。

(発明が解決しようとする課題)

使用温度が450℃前後となるタービンディスク素材として、高強度12Cr系耐熱鋼は十分なクリープ強度特性を有するが、使用中の靱性の経年劣化の問題から、現在はその温度域で使用されるタービンディスク素材として使用されていない。

本発明の目的は、12Cr系耐熱鋼のかかる高温使用での靱性劣化感受性を低減し、高温使用にともなう脆化の小さい、新規な高強度12Cr系耐熱鋼素材を提供することにある。

(課題を解決するための手段)

本発明は上記の問題を解決するものとしてなされたもので、タービンの使用温度域での経年劣化特性に優れた新規な高純度耐熱鋼である。その具体的構成は、必須成分として重量％で、C:0.05~0.15%、Ni:1.6~3.5%、Cr:9.0~13.0%、Mo:1.0~3.0%、V:0.1~0.5%、N:

本発明鋼の成分の限定理由を以下に示す。

C:0.05~0.15%

本発明鋼において、C含有量が0.15%未満であると所望の引張強さおよび耐力を有することができないのでその下限を0.05%に限定した。また、C含有量が0.15%を超えると、靱性が低下するばかりでなく、高温使用中に炭化物が析出し、脆化が著しくなり、クリープ破断強度が低下するため、その上限を0.15%に限定した。

Ni:1.6~3.5%

Niは強度、靱性を向上させる。また、有害なデルタフェライトの生成を抑制する。しかし、Ni含有量が1.6%未満では所望の強度、靱性が得られず、また、3.5%を超えて含有させるとクリープ破断強度が低下するため上限を3.5%とした。

Cr:9.0~13.0%

Crは本発明鋼の主要構成成分であり鉄中に固溶して合金の強度を向上させる。また、耐酸化性および高温耐食性を高める。Crの含有量が9.0%未満では十分な強度、靱性を得るこ

0.02~0.08%を含有する高純度耐熱鋼である。さらに、前記組成の耐熱鋼に選択成分として、Nb:0.01~0.15%、Ta:0.01~0.15%、W:0.1~1.5%の一種または二種以上を含有する耐熱鋼である。そしてさらに前記組成の耐熱鋼に含有する不可避的不純物のうち、Si:0.10%以下、Mn:0.10%以下、P:0.005%以下、S:0.005%以下、As:0.008%以下、Sn:0.01%以下、Sb:0.005%以下を許容含有量とする高純度耐熱鋼である。

(作用)

本発明の高純度耐熱鋼の工業的な製造方法は、厳選された原材料を電気炉にて溶解精錬後、取鍋精錬炉にて再精錬して不純物元素量を低減した後、造塊し、鍛造によりエレクトロスラグ再溶解用の電極を製造したのち、エレクトロスラグ再溶解によって高純度かつ均質な鋼塊を製造する。ついで、鋼塊は鍛造加熱温度に加熱され、所望形状に鍛錬成形後、所定の熱処理を施すことによって強度靱性を付与する。

とができず、13.0%を超えて含有させるとデルタフェライトを生成し、低温における延性、靱性および高温におけるクリープ破断強さを低下させるので、その含有量を9.0~13.0%に限定した。

Mo:1.0~3.0%

Moは合金中に固溶し、また微細な炭化物を析出して、低温および高温における強度を向上させるとともに、焼戻し脆化の抑制に寄与する元素である。その含有量が1.0%未満ではその効果は小さく、所望のクリープ強度を得るのに不十分であり、下限を1.0%に限定した。また、3.0%を超えて含有させるとデルタフェライトを晶出し、強度および靱性が低下するため、上限を3.0%とした。

V:0.1~0.5%

Vは炭化物を形成し、高温強度を高める作用があるが、0.1%未満ではその効果が不十分であり、0.5%を超えて含有させるとデルタフェライト組織を生成し、高温のクリープ破断強さが低下するので、その含有量を0.1~0.5%に限定し



た。

N : 0.02 ~ 0.08 %

N は、高温および低温における強度を向上させるとともに、高温クリープ破断強度を向上させる元素である。その含有量が0.02%以下になるとその作用が顕著に現れるが、0.08%を超えて含有させると熱間加工性が低下し、鍛造の困難になるので、その含有量を0.02~0.08%に限定した。

Nb : 0.01 ~ 0.15 %

Nb は炭化物を形成し、高温強度を高めるとともに、素材製造工程での高温加熱時における結晶粒の粗大化を抑制し、靱性の向上に寄与するが、0.01%未満ではその効果が不十分であり、0.15%を超えるとクリープ破断強度が低下するため、その含有量を0.01~0.15%の範囲に限定した。

Ta : 0.01 ~ 0.15 %

Ta は、Nb と同様に炭化物を形成し、高温強度を高めるとともに、素材製造工程での高温加熱時における結晶粒の粗大化を抑制し、靱性の向上

350℃から550℃の温度域で生じる焼戻し脆化への感受性を著しく高める作用があるため、極力低減することが望ましい。また、これを低減することにより鋼塊内部の偏析が軽減となり、肉厚内部における延性および靱性の向上が改善される。現存は、真空炭素脱酸法が採用されてSは脱酸によらずに鋼中酸還元レベルを低減させることが可能であるが、その限界を考慮し、上限を0.1%とした。

Mn は溶解時の脱酸、脱酸剤として一般的には必要であるが、Mn はS と結合してMnS 合金存在物を形成し、靱性を低下させる作用がある。また、Si と同様に焼戻し脆化を促進する元素である。Mn は鋼中のS 量に応じて添加されるが、現在は炉外精錬等によりS 量を低減することが容易であり、Mn を合金成分として添加する必要はなくなっている。本発明鋼においては、炉外精錬におけるMn 低減の限界を考慮し、その上限を0.1%とした。

P は焼戻し脆化感受性を増大させる元素であ

に寄与するが、0.01%未満ではその効果は少なく、0.15%を超えるとクリープ破断強度が低下するため、その含有量を0.01~0.15%の範囲に限定した。なおNb との複合添加する場合にはNb + Ta の含有量を0.15%以下とすることが望ましい。

W : 0.3 ~ 1.5 %

W は固溶強化によりマトリクスを強化して、低温および高温における強度を上昇させる元素であるが、0.3%未満ではその作用効果がほとんど認められず、一方1.5%を超えて含有させると靱性を低下させ、さらにデルタフェライト組織を生成して低温および高温における強度を低下させるので、その含有量を0.3~1.5%に限定した。

不純物の不純物 (S, Si : 0.1%以下, Mn : 0.1%以下, P : 0.005%以下, S : 0.005%以下, As : 0.008%以下, Sn : 0.01%以下, Sb : 0.005%以下)

Si は通常、脱酸剤として鋼の精錬の際に添加されるが、本発明鋼の使用温度域が含まれる

り、使用中の脆化を避けるためには極力低減することが望ましく、現状の精錬技術レベルを考慮して、その許容含有量を0.005%以下に制限した。

S は大型鋼塊においては微量の含有でもV 偏析あるいは逆V 偏析を発生せしめ、鋼の品質を劣化させるので、極力低減することが望ましく、P 同様に現状の精錬技術レベルを考慮して、その許容限界量を0.005%以下に制限した。

As, Sn, Sb はP 同様に焼戻し脆化感受性を増大させる元素であり、極力低減することが望ましい。しかし、これらの不純物元素は原材料に付随して不可避的に混入するものであり、精錬によって除去することは困難である。従って、原材料の選定によるところが大きく、焼戻し脆化感受性低減の見地からAs 0.008%以下、Sn 0.01%以下、Sb 0.005%以下に限定した。

(実施例)

第1表に示す組成の本発明鋼と従来鋼を真空溶解炉にて溶解し、50Kg 鋼塊を溶製し、ついで1:50℃に加熱後鍛造した。これらの鍛造材か

ら試験片素材を切出し、高強度ステンレス鋼素材の熱処理をシミュレートした熱処理、すなわち1010℃に保持後シミュレーション熱処理炉で定速度冷却の後、560℃で1回目の焼戻しを施し、さらに560℃で2回目の焼戻しを施して引張強度を110～115Kg/mm<sup>2</sup>として供試材とした。これらの供試材の引張試験結果、480℃におけるクリープ破断試験結果および3000時間の等温加熱脆化試験結果を第2表に示した。本発明鋼は従来鋼と比較して、クリープ破断時間は長く、また、使用温度、等温長時間加熱によるシャルピー上部硬さの低下および遷移温度のシフト量が著しく小さいことを示すものである。

第 1 表

分類	供試鋼 No.	化 学 組 成 (wt%)															
		必須成分						選択成分				不可避の不純物					
		C	Ni	Cr	Mo	N	Nb	Ta	W	Si	Mn	P	S	As	Sn	Sb	
本発明鋼	1	0.11	2.80	11.40	1.70	0.036	—	—	—	0.03	0.05	0.004	0.002	0.006	0.006	0.0012	
	2	0.11	2.78	11.25	1.68	0.036	0.08	—	—	0.03	0.07	0.004	0.002	0.006	0.006	0.0012	
	3	0.11	2.80	11.50	1.75	0.040	—	0.07	—	0.04	0.06	0.004	0.002	0.006	0.006	0.0012	
	4	0.11	2.70	11.70	1.45	0.042	—	—	0.60	0.03	0.07	0.004	0.002	0.006	0.006	0.0012	
	5	0.11	2.80	11.40	1.50	0.042	0.08	—	0.73	0.03	0.06	0.004	0.002	0.006	0.006	0.0012	
	6	0.10	2.62	11.60	1.50	0.040	—	0.08	0.70	0.04	0.06	0.004	0.002	0.006	0.006	0.0012	
	7	0.11	2.68	11.40	1.65	0.042	0.04	0.04	—	0.04	0.06	0.004	0.002	0.007	0.006	0.0012	
	8	0.10	2.71	11.50	1.32	0.048	0.05	0.04	0.65	0.04	0.07	0.004	0.002	0.007	0.006	0.0012	
従来鋼	9	0.10	2.40	11.60	1.75	0.035	—	—	—	0.20	0.70	0.004	0.002	0.008	0.007	0.0012	
	10	0.11	2.72	11.47	1.77	0.039	—	—	—	0.19	0.71	0.004	0.001	0.009	0.007	0.0012	
	11	0.11	2.72	11.47	1.50	0.040	0.08	—	—	0.25	0.70	0.005	0.002	0.007	0.006	0.0012	
	12	0.11	2.72	11.53	1.72	0.038	—	—	—	0.20	0.70	0.010	0.003	0.011	0.012	0.0011	

第 2 表

分類	供試鋼 No.	0.2% 耐力 (Kgf/mm <sup>2</sup> )	引張り強さ (Kgf/mm <sup>2</sup> )	60℃×3000h 後の引張り強さ (Kgf/mm <sup>2</sup> )	480℃ 50Kgf/mm <sup>2</sup> 圧出での破断 時間 (h)	シャルピー衝撃エネルギー (Kgf-cm)		シャルピー50% 破面遷移温度 (℃)	
						酸化前	480℃×3000h 9A 効後	酸化前	480℃×3000h 時効後
本発明鋼	1	99.5	115.0	11.0	60	560	17.5	16.8	-46
	2	98.6	114.2	20.2	60	722	17.2	16.6	-40
	3	97.5	112.5	21.6	64	438	7.6	16.2	-50
	4	98.2	114.1	21.5	64	505	17.0	16.2	-43
	5	97.8	113.7	21.0	61	607	17.0	16.0	-36
	6	99.1	114.4	20.3	61	735	16.2	15.3	-30
	7	98.3	114.0	20.7	62	792	16.8	16.2	-38
	8	98.5	114.7	20.5	64	850	16.5	15.3	-45
従来鋼	9	99.1	113.4	18.1	6	122	1.2	7.1	-6
	10	96.8	110.2	19.7	60	103	14.7	8.0	-14
	11	99.2	114.1	20.1	61	147	1.9	7.6	-20
	12	97.3	112.0	17.4	61	63	11.3	5.2	-21

## (発明の効果)

本発明鋼は高温クリープ強さが高い。特に終年使用に伴う塑性劣化の少ない点から、耐熱鋼として、かかる特性が要求されるタービンエンジン等のディスク材として従来鋼にまさる利便性と信頼性を得ることができる。

特許出願人 株式会社日立製作所

代理人 佐野 隆 一郎 思

佐野 隆 一郎 思